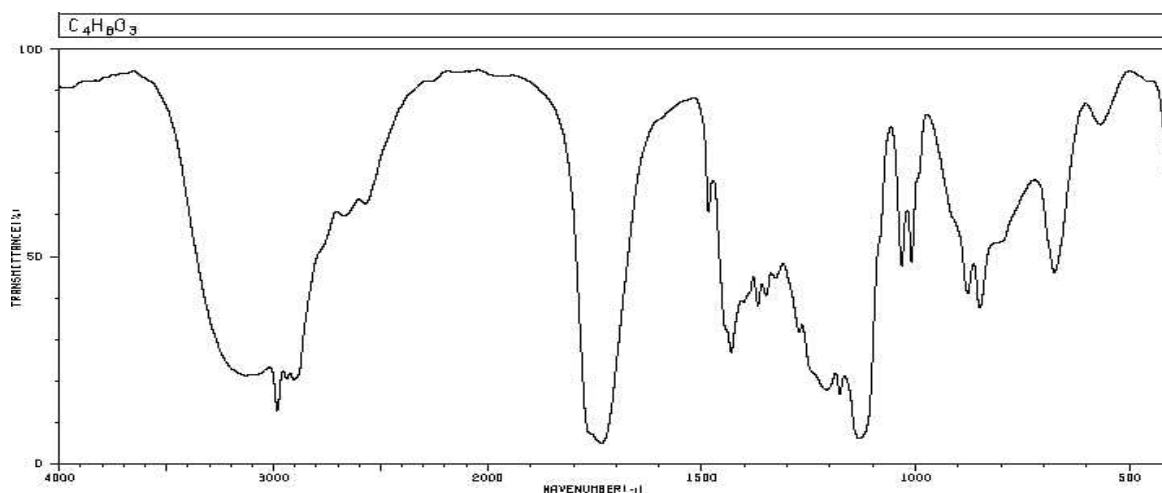
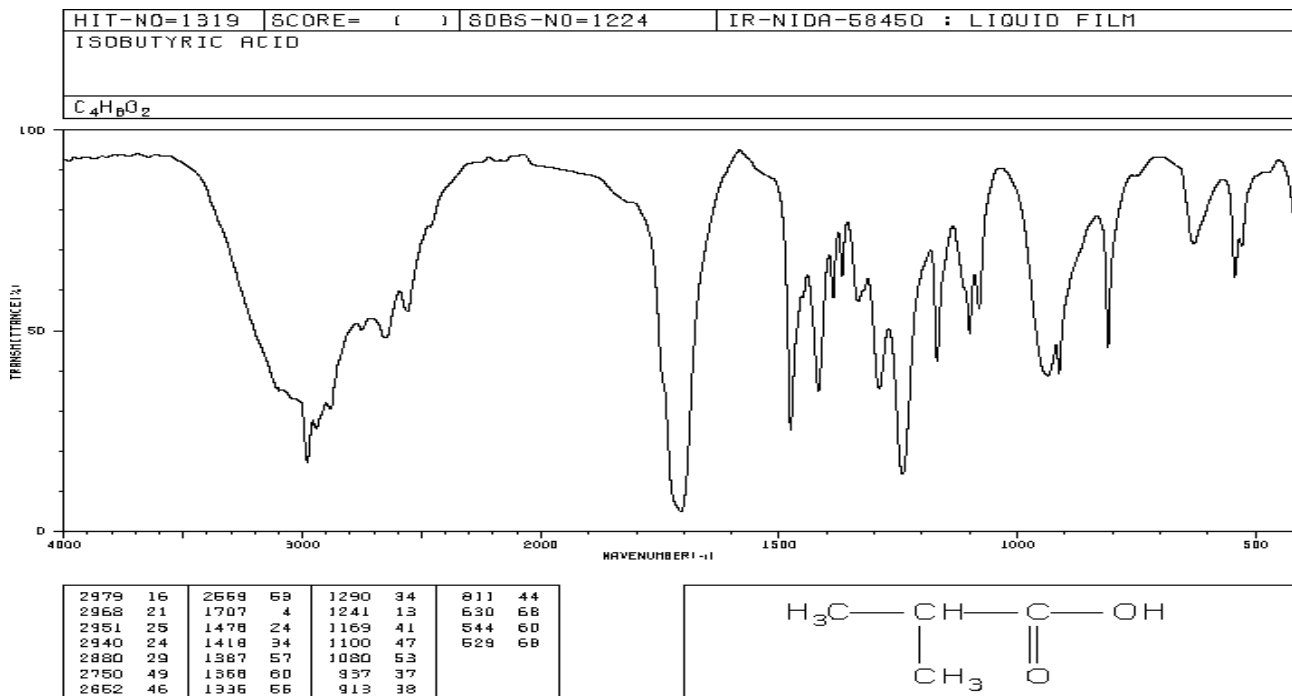


- Teilschritte und Begründungen sind unbedingt anzugeben, um volle Punktzahl zu erreichen oder bei falschen Ergebnissen anteilige Punkte zu erhalten.
- Bei der Angabe von Zahlenwerten ist auf Einheiten und eine sinnvolle Anzahl von Stellen zu achten. Verwenden Sie bevorzugt die bereits vorgegebenen Symbole.



1. Spektrum zu Ethoxy-Essigsäure ($CH_3-CH_2-O-CH_2-COOH$) (Quelle: sdb.s.riondb.aist.go.jp)
 - a) Um was für ein Spektrum handelt es sich oben? Welche Bedeutung kommt den beiden Achsen zu? Erläutern Sie, warum und von welchen Teilen des Moleküls deutliche spektrale Informationen zu erwarten sind. Ordnen Sie drei dieser Informationen in diesem Spektrum in etwa zu.
 - b) Warum sind die Signale knapp unter 3000 cm^{-1} gut aufgelöst und knapp darüber nur ein breites zu sehen? Was heißt dies für deren Intensität und was ist der Grund dafür?
 - c) Schätzen Sie für den Peak bei 676 cm^{-1} die Wellenlänge, die Frequenz, die Absorption (früher: Extinktion) und die molare Anregungsenergie ab.
 - d) Warum würde diese Verbindung eher nicht mit MALDI-MS vermessen werden? Welche MS-Methode wäre besser geeignet?
(etwa 19 min)



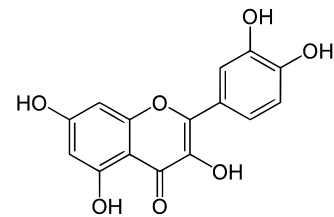
2. Spektrum zu Iso-Buttersäure (Quelle: <http://sdb.sriodb.aist.go.jp>)

- a) Um was für ein Spektrum handelt es sich oben? Welche Bedeutung kommt den beiden Achsen zu? Erläutern Sie, warum und von welchen Teilen des Moleküls deutliche spektrale Informationen zu erwarten sind. Ordnen Sie zwei der wesentlichen Informationen in diesem Spektrum in etwa zu.
- b) Warum sind die Signale unter 1500 cm^{-1} meist gut aufgelöst und bei 1700 cm^{-1} ein breites sowie über 3000 cm^{-1} nur ein sehr breites zu sehen? Was heißt dies für deren Intensität und was ist der Grund dafür?
- c) Schätzen Sie für den Peak bei 1241 cm^{-1} die Wellenlänge, die Frequenz, die Absorption (früher: Extinktion) und die molare Anregungsenergie ab.
(etwa 17 min)

3. Optische Spektrometrie:

- a) Beschreiben Sie den Aufbau eines UV-Detektors (zu einer HPLC) anhand einer Skizze. Benennen Sie drei wesentliche Bauteile und deren Funktion/Eigenschaften.
- b) Erläutern Sie zwei wesentliche Unterschiede zum apparativen Messprinzip eines Fluoreszenz-Detektors. Warum ist dessen Empfindlichkeit/Selektivität so anders?
- c) Geben Sie zwei Maßnahmen aus der Qualitätssicherung an, die vor quantitativen Messungen mit einem UV-Detektor erfolgen müssen.
- d) Wie kann eine Probe auch dann im UV-Detektor quantifiziert werden, wenn Sie in einem Puffer gelöst ist, der selbst bei der Messwellenlänge absorbiert?
(etwa 16 min)

4. Sie sollen den Gehalt von Quercetin in Weintrauben nach Aufreinigung bestimmen. Gefragt ist eine schnelle und kostengünstige quantitative Bestimmung. Dazu stehen prinzipiell folgende Methoden zur Verfügung: UV/Vis- und IR-Spektroskopie sowie ESI-MS.



- Geben Sie für jede Methode jeweils kurz an, wovon genau in diesem Molekül ein markantes Signal detektiert werden können sollte und wie es etwa aussehen würde.
- Welche der Methoden ist aus welchen Gründen gut oder weniger für diese Aufgabe geeignet (Tabelle mit Stichworten)?
- Welche Methode würde am ehesten durch Verunreinigungen mit anderen Komponenten gestört? Wenn Sie nur eine der genannten Methoden einsetzen dürften, welche würden Sie insgesamt unter welchen Messbedingungen bevorzugen?
- Nennen und begründen Sie zwei Maßnahmen aus der Qualitätssicherung, die dazu beitragen sollten, eine Vergleichbarkeit von Messungen für unterschiedliche Traubensorten zu gewährleisten.

(etwa 19 min)

5. Fluoreszenz:

a) Erläutern Sie kurz, warum viele Biomoleküle so praktisch kaum messbar sind. Wie gelingt es dennoch, mit Fluoreszenz gut zu mikroskopieren? Warum wird trotz UV-Anregung dann oft im sichtbaren Bereich detektiert? Was ist die theoretische Besonderheit für Letzteres?

b) Warum ist die Empfindlichkeit sowie die Selektivität bei Fluoreszenz und UV/Vis erheblich unterschiedlich? Schildern Sie eine Anwendung für die Biotechnologie, außer der Mikroskopie, bei der einer dieser Vorteile besonders ausgenutzt wird.

(etwa 13 min)

6. Massenspektrometrie:

a) Beschreiben Sie den Aufbau eines MS anhand einer Skizze. Benennen Sie drei wesentliche Komponenten und deren Funktion/Eigenschaften.

b) Erläutern Sie kurz zwei der Abkürzungen MALDI/ ESI/ EI. Benennen Sie zwei wesentliche Unterschiede zwischen den Spektren aus diesen beiden Methoden.

c) Was ist das Signal/Rausch-Verhältnis in diesem Zusammenhang? Wie kann es exakt um den Faktor 10 gesteigert werden?

d) Geben Sie zwei Maßnahmen aus der Qualitätssicherung an, die vorab zu quantitativen Messungen mit einem MS erfolgen müssen.

(etwa 16 min)

7. Nachweismethoden:

Folgende Methoden stehen prinzipiell zur Verfügung: UV-Spektroskopie sowie EI-MS und ESI-MS.

a) Geben Sie für jede Methode begründet an, in welchem Aggregatzustand ein Analyt als Reinstoff vorliegen sollte, um gut messbar zu sein. Nennen Sie jeweils eine Stoffgruppe oder einen Stoff als Beispiel.

In welchen dieser Methoden werden Lösungen benutzt und warum? Wie erfolgt sonst die Messung, wenn keine Lösung benutzt wird?

b) Sie sollen mit einer dieser Methoden den Alkohol 1-Butanol ($C_4H_{10}O$) in einer Fermenterbrühe nachweisen. Zeichnen Sie die Molekülstruktur. Geben Sie für alle drei Methoden an, mit welcher der Nachweis entweder geführt werden kann oder warum nicht gut (je ein gut begründetes Hauptargument).

Welche Methode wäre zusätzlich geeignet, eine Unterscheidung von 2-Butanol zu treffen, wie ist dies dabei möglich? Welche weitere, oben nicht genannte Methode wäre hierfür auch gut geeignet und warum?

(etwa 18 min)

8. Nachweismethode:

Sie sollen in einer Gasphase die Anwesenheit einer der Komponenten, entweder von Isopropanol ($CH_3-CHOH-CH_3$) oder Aceton ($CH_3-CO-CH_3$), nachweisen. Dazu stehen prinzipiell folgende Methoden zur Verfügung: Vis- und IR-Spektroskopie sowie EI- und MALDI-MS.

a) Geben Sie für diese Moleküle an, mit welchen Methoden der Nachweis geführt werden kann oder warum nicht. Geben Sie für die nutzbaren Methoden jeweils ein Signal je Molekül an, das sich zur eindeutigen Unterscheidung eignet.

b) Gefragt ist eine schnelle und empfindliche Bestimmung. Welche der Methoden ist aus welchen Gründen gut oder weniger für diese Aufgabe geeignet (je ein begründeter Vor- und Nachteil sowie Fazit).

c) Nennen und begründen Sie drei Maßnahmen aus der Qualitätssicherung, die vorab erfolgen müssen, um Standards von GLP zu gewährleisten.

d) Kann die gewählte Methode auch quantitativ eingesetzt werden? Wieso ist es möglich und was müsste vor dieser Messung dann noch erfolgen?

(etwa 18 min)